

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-079774

(43)Date of publication of application : 23.04.1986

(51)Int.Cl.

C23C 16/50

(21)Application number : 59-203367

(71)Applicant : MITSUBISHI HEAVY IND LTD

(22)Date of filing : 28.09.1984

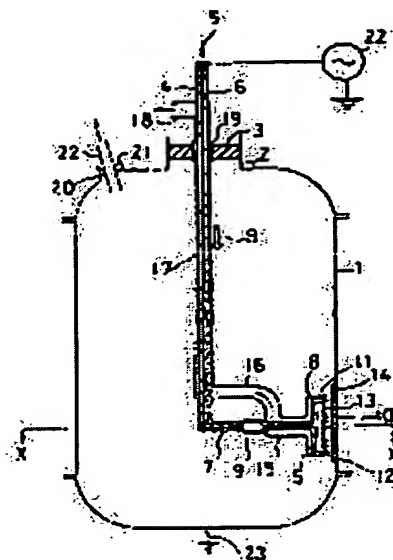
(72)Inventor : ITANO SHIGEO
WADA TETSUYOSHI
SHIGEMURA SADATO
NAKAGAWA YOSHIKIYO

(54) METHOD FOR COATING INSIDE SURFACE OF VESSEL

(57)Abstract:

PURPOSE: To coat continuously a film having excellent wear resistance, corrosion resistance, etc. onto the inside wall of a vessel by releasing a reactive gas from the top end of an electrode movable along the inside wall of the vessel while generating plasma discharge between said electrode and the inside wall.

CONSTITUTION: An electrode bar 4 having a passage 6 for a reactive gaseous mixture 5 such as $TiCl_4$, N_2 or H_2 is inserted through an electrical insulating plug 3 provided to the aperture 2 of the vessel 1 into said vessel. After the inside of the vessel 1 is evacuated, plasma 12 is generated between the electrode 8 and the inside wall of the vessel by a high-frequency power source 22 while the electrode 8 at the top end of the bar 4 is moved along the inside surface of the vessel. The reactive gaseous mixture is ejected at the same time from the gas ejection port 10 of the electrode 8 and the film 13 of TiN having the excellent resistance to wear and corrosion is formed on the inside surface of the vessel. The uniform wear- and corrosion-resistant film is formed on the inside surface of the vessel by moving the electrode 8 over the entire surface of the vessel.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-79774

⑬ Int.Cl.⁴

C 23 C 16/50

識別記号

庁内整理番号

8218-4K

⑭ 公開 昭和61年(1986)4月23日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 容器内面のコーティング方法

⑯ 特 願 昭59-203367

⑰ 出 願 昭59(1984)9月28日

⑱ 発 明 者 板 野 重 夫 広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社
 広島研究所内
 ⑱ 発 明 者 和 田 哲 義 広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社
 広島研究所内
 ⑱ 発 明 者 重 村 貞 人 広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社
 広島研究所内
 ⑱ 発 明 者 中 川 義 清 広島市西区観音新町4丁目6番22号 三菱重工業株式会社
 広島研究所内
 ⑲ 出 願 人 三菱重工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番1号
 ⑲ 復 代 理 人 弁理士 鈴江 武彦 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

容器内面のコーティング方法

2. 特許請求の範囲

容器頂部の開口部を介して容器内で容器内面に沿って移動可能な電極を設け、かつ該電極の先端からガス流出可能とした状態で容器内を一定圧力に維持しながら該電極を介して反応用ガスを供給し、電極の先端と容器内壁との間にプラズマを発生させ、このプラズマにより容器内壁上に被膜を逐次的にコーティングすること、を特徴とする容器内面のコーティング方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は容器内面のコーティング方法に関し、特にリアクター等の容器の内面に耐摩耗用等の被膜をコーティングする方法に係わる。

〔従来の技術〕

周知の如く、最近の化学業界では多品種少量生産の傾向が強まり、反応容器においてはバフ

テ反応操作が増大している。従って、バフテ操作毎に容器内の反応生成物を完全に取出し、容器内壁面を洗浄しておくことが要求される。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかしながら、従来技術においては、反応生成物を完全に取出す際、クレーパー等で内壁を擦るため、容器の内壁が摩耗するという問題が生ずる。

本発明は上記事情に鑑みてなされたもので、容器内壁の摩耗を回避するために容器内面に主として耐摩耗性の被膜を形成する容器内面のコーティング方法を提供することを目的とする。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明は、容器頂部の開口部を介して容器内で容器内面に沿って移動可能な電極を設け、かつ該電極の先端からガス流出可能とした状態で容器内を一定圧力に維持しながら該電極を介して反応用ガスを供給し、電極の先端と、容器内壁との間にプラズマを発生させ、このプラズマにより容器内壁上に被膜を逐次的にコーティン

グすることを特徴とし、容器内壁の摩耗を回避することを図ったことを骨子とする。

〔作用〕

本発明によれば、容器内面に沿って移動可能な電極と容器との間にプラズマを発生させ、このプラズマにより容器内壁面上に被膜を連続的にコーティングでき、かかる被膜により容器内の反応生成物を完全に取出す際、スクレーパー等で容器の内壁が摩耗するのを回避できる。

〔実施例〕

以下、本発明の一実施例を第1図及び第2図を参照して説明する。なお、第2図は第1図のX-X線に沿う断面図である。

図中1は、上部に開口部2を有する容器である。前記開口部2には、中央が開口された電気絶縁体からなる昇気管シール用の栓3が設けられている。前記容器1内には、前記栓3の中央部から電極棒4が挿入されている。この電極棒4は高周波電流を導く働きをし、内部には反応用ガス5が流通するための孔6が開孔されている。

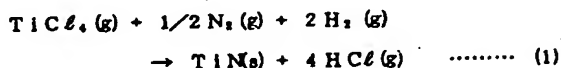
この排気管22は、コーティング開始前に容器1内を排気するためのものである。なお、図中の23は電極棒4に接続された高周波電源を、24は容器アースを示す。

次に、作用について説明する。

まず、析出被膜の密着性を均すために容器1の内面を予め脱脂処理しておく。つづいて、電極棒4を容器1内にセフトした後、電極棒4により板状電極8と容器1の内面との間隙を適度に調整する。この後、ガス吸出口10から反応用ガス5を吸出させながら、板状電極8と容器1との間に高周波電源を高周波電源23と容器アース24の作用により負荷する。その結果、板状電極8と容器1の内壁面との間隙にプラズマ12が発生し、このプラズマ12の作用により容器1の内壁面上で反応用ガス5の分解反応が起こり、被膜13がコーティングされる。ここで例えば、硬質被膜であるTiNをコーティングする場合には、反応用ガス5としてTiCl₄、N₂及びH₂の3種類からなる混合ガスを使用する。この際、プラズマ12の作

用。同電極棒4には、上部に孔を有する水平部の電極7が連結されている。この水平部の電極7の先端は板状の電極8になっており、両電極7、8間には板状の電極8と容器1の内面との間隙を適度に保てるように電極棒4が設けられている。前記板状電極8には、反応用ガス5を吸出するためのガス吸出口10が設けられている。同板状電極7には、排気ダクト11が設けられている。これは、適当なプラズマ12を生成し、均一な耐摩耗性、耐食性の被膜13を形成する目的で未反応ガス（過剰ガス）及び反応生成ガス（HClなど）を排気するために設けられたもので、間隙14を介して容器1の外へ排出される。前記排気ダクト11には、中間ダクト15～18が順次連結され、このうち中間ダクト18と開口部2の栓3間には電極棒4の上下動を円滑に行なうための線動型シール19が介在されている。前記開口部2の近くの容器1には補助口20が設けられ、この補助口20にはシール栓21を介して排気管22が設けられ

用により次式(1)の反応が生じ、容器1の内面にTiNが析出し、被膜13が形成される。



そして、板状電極8を容器1の上部にセフトした後、矢印Aの方向に回転させながら、1回転する毎に矢印Bの方向に下降させることにより、容器1の内面を均一にコーティングすることができる。

しかし、本発明によれば、板状電極7を回転、下降運動させながら、板状電極7と容器1の内壁面との間隙にプラズマ12を発生させ、このプラズマ12の作用により容器1の内壁面上に耐摩耗性、耐食性の被膜13を確実にかつ連続的にコーティングできる。従って、容器内の反応生成物を完全に取出す際、スクレーパー等で内壁を擦っても、被膜12の存在により従来の如く内壁に摩耗が生ずるのを回避できる。

なお、上記実施例では、析出被膜の密着性を増すために容器の内面に予め脱脂処理しておくが、

第 1 図

これに限らず、更に強固にするには脱脂処理後にH₂ガスを孔6から流入して板状電極8より噴出させ、プラズマ12を生成させて還元処理を行なえばよい。

〔発明の効果〕

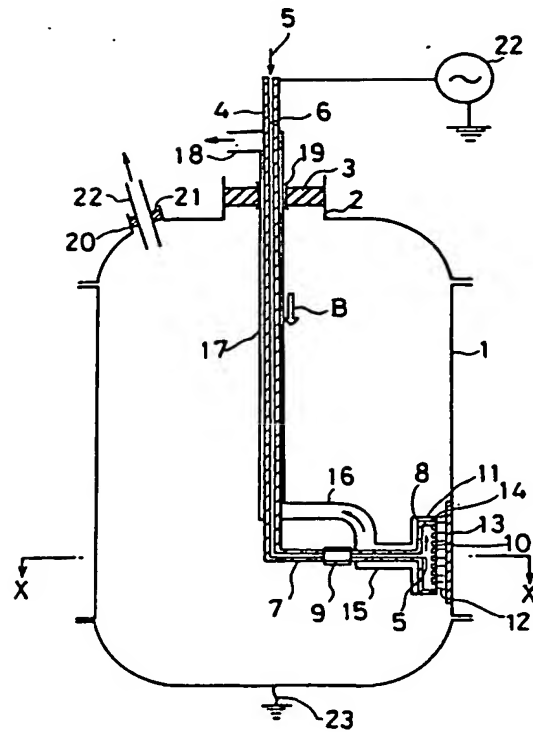
以上詳述した如く本発明によれば、容器内面に主として耐摩耗性の被膜を確実に形成できる容器内面のコーティング方法を提供できるものである。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例に係る容器内面のコーティング方法を説明するための断面図、第2図は第1図のX-X線に沿う断面図である。

1…容器本体、2…開口部、3…栓、4…電極棒、5…反応用ガス、6…孔、7、8…電極、9…電極継手、10…ガス噴出口、11…排気ダクト、12…プラズマ、13…被膜、15～18…中間ダクト、19…稼動型シール、20…補助口、22…排気管。

出願人役代理人 弁理士 鈴 江 武 彦



第 2 図

